

PENGARUH WAKTU DAN TEMPERATUR HIDROLISIS DALAM PROSES SINTESIS FURFURAL DARI SEKAM PADI DENGAN MENGGUNAKAN METODE HIDROLISIS DAN DEHIDRASI

Cindi Amborowati^{1)*}, Uni Adriani¹⁾, Indah Lukyta Aditya¹⁾, Hanifati Feviasari¹⁾, Tidar Kumala Hastin¹⁾, dan Arief Adhiksana²⁾

¹⁾ Mahasiswa Prodi Teknologi Kimia Industri, Teknik Kimia, Politeknik Negeri Samarinda

²⁾ Staf Pengajar Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Samarinda

*e-mail: cindiamborowati@gmail.com

Abstract

Rice fields in East Kalimantan is one of productive land. It looks from many piles of rice husk waste in rice milling. The rice husk waste has not been used much, so this research used the rice husk waste as raw material of furfural manufacturing. This research has three stages, there are raw material preparation, hydrolysis, and product analysis. At the preparation stage, rice husk is diminished to 100 mesh, then dried in oven. Hydrolysis process used sulfuric acid 1% as catalyst with the variation times were 10, 40, 70, 100, 130 (minutes) and temperature are 30, 50, 70, 90, 105 (°C). Then hydrolysis result was filtered and the filtrate was quantitatively analyzed by volumetric method. Highest result of time variation obtained was at 130 minutes with furfural concentration as much 8,182 mol/L, while highest result of temperature variation obtained was at 105 °C with furfural concentration as much 10,741 mol/L.

Keywords: Sulfuric acid, Furfural, Hydrolysis, Rice husk.

Abstrak

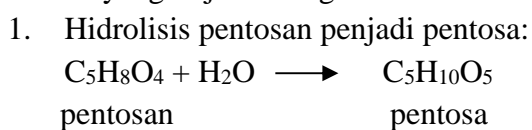
Lahan persawahan di Kalimantan Timur merupakan salah satu lahan yang masih produktif. Hal ini terlihat dari banyaknya tumpukan limbah sekam padi di tempat penggilingan padi. Limbah sekam padi tersebut belum banyak dimanfaatkan, sehingga pada penelitian ini menggunakan limbah sekam padi sebagai bahan baku pembuatan furfural. Penelitian dilakukan dengan tiga tahap, yaitu persiapan bahan baku, hidrolisis, dan analisis. Pada tahap persiapan bahan baku, sekam padi dikecilkan ukurannya hingga 100 mesh, kemudian dikeringkan di oven. Proses hidrolisis menggunakan asam sulfat 1% sebagai katalis dengan memvariasikan waktu 10, 40, 70, 100, 130 (menit) dan temperatur 30, 50, 70, 90, 105 (°C). Kemudian hasil hidrolisis disaring dan filtratnya dianalisis kuantitatif dengan metode volumetri. Pada variasi waktu diperoleh hasil tertinggi yaitu pada 130 menit dengan konsentrasi furfural 8,182 mol/L, sedangkan pada variasi temperatur diperoleh hasil tertinggi pada suhu 105°C dengan konsentrasi furfural yaitu 10,741 mol/L.

Kata kunci: Asam sulfat, Furfural, Hidrolisis, Sekam padi.

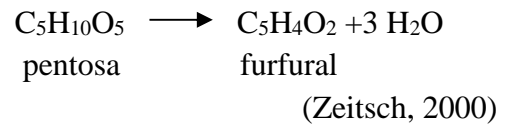
1. PENDAHULUAN

Sekam padi merupakan limbah yang dihasilkan dari proses penggilingan padi. Produksi padi di Kaltim pada tahun 2014 yaitu sebesar 115.620 ton GKG (BPS Kaltim, 2015). Pada proses penggilingan padi biasanya diperoleh sekam sebanyak 20-30% dari bobot gabah yang dihasilkan, sehingga dapat diperkirakan sekam yang diperoleh yaitu sekitar 23.124 ton hingga 34.686 ton. Dari potensi sekam padi tersebut biasanya hanya diolah menjadi pakan ternak, pupuk, dan media tumbuh. Terkadang juga dibakar pada temperatur tinggi tanpa dikontrol, sehingga menyebabkan polusi udara karena abu sisa pembakaran umumnya mengandung silika kristalin yang bersifat karsinogenik (Chandra dkk, 2012). Kandungan dari sekam padi yaitu air 0-11, protein 1,75-6,38, lemak 0,38-3,50, nitrogen, 25,80-37,84, serat kasar 31,30-49,92, abu 14,50-29,09, pentosan 19,80-26, selulosa 31,20-42,20, lignin 19,20-32,88. Kandungan tersebut dalam persen berat (basis kering) (Nugraha, 2012).

Potensi sekam padi yang besar mendorong upaya untuk meningkatkan nilai ekonomisnya yaitu dengan cara memanfaatkan sekam padi menjadi furfural. Secara umum, furfural terbuat dari bahan baku hasil pertanian yang kaya kandungan pentosan. Dengan menggunakan katalis asam encer, pentosan dihidrolisis menjadi pentosa, kemudian pentosa tersebut didehidrasi menjadi furfural dalam satu proses. Reaksi yang terjadi sebagai berikut:



2. Dehidrasi pentosa membentuk furfural:



Menurut Andaka (2011), ada beberapa faktor penting yang berpengaruh terhadap pembuatan furfural adalah:

1. Konsentrasi katalisator

Hasil furfural akan bertambah dengan semakin besarnya konsentrasi katalisator yang digunakan. Hal ini disebabkan oleh bertambahnya jumlah pereaksi yang teraktifkan sehingga konstanta kecepatan reaksi menjadi besar dan kecepatan reaksi bertambah cepat pula. Tetapi setelah mencapai konsentrasi asam yang optimum, maka hasil furfural akan menurun. Hal ini disebabkan karena peruraian furfural menjadi asam furoat sebagai hasil dari pemecahan gugus aldehyd dan terbentuk sejenis damar yang berwarna hitam.

2. Suhu reaksi

Reaksi akan berjalan cepat apabila suhu dinaikkan. Hal ini karena gerakan-gerakan molekul menjadi lebih cepat dengan bertambahnya suhu reaksi. Kecepatan reaksi hidrolisis akan meningkat hampir dua kali untuk setiap kenaikan suhu 10°C.

3. Waktu reaksi

Semakin lama waktu reaksi, maka hasil yang diperoleh akan bertambah besar karena pentosan yang berkontak dengan asam lebih lama. Tetapi pertambahan hasil furfural tidak berbanding lurus dengan penambahan waktu proses karena terlalu lama waktu reaksi dapat menimbulkan terbentuknya sejenis damar.

4. Kecepatan pengadukan

Hasil furfural akan semakin besar dengan semakin besarnya kecepatan pengadukan. Hal ini karena dengan adanya pengadukan akan menambah jumlah tumbukan antara molekul-molekul zat pereaksi sehingga nilai frekuensi tumbukan pada Persamaan Arrhenius bertambah besar.

5. Pengaruh rasio larutan dengan padatan

Pengaruh rasio larutan dengan padatan akan berpengaruh terhadap hasil furfural. Hal ini dikarenakan jika volume larutan semakin besar, maka hasil furfural yang diperoleh semakin besar. Dengan volume larutan yang semakin besar, maka tumbukan antar molekul pentosan dengan molekul air semakin besar.

6. Pengaruh kehalusan bahan

Semakin kecil ukuran butir, maka semakin luas bidang persentuhan antar zat pereaksi, sehingga kontak antar molekul juga semakin besar. Hal ini sesuai dengan Persamaan Arrhenius yaitu semakin kecil ukuran butir, maka nilai A (faktor frekuensi tumbukan) semakin besar sehingga nilai konstanta kecepatan reaksi akan semakin besar pula.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Waktu dan Lokasi

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Dasar Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Samarinda selama 5 bulan (April-Agustus 2016).

2.2 Tahapan Penelitian

Penelitian dilakukan melalui tahap-tahap berikut:

1. Persiapan Bahan Baku

5 kg sekam padi dibersihkan dari kotoran yang terikut, kemudian dikeringkan dalam oven selama 1 jam dengan suhu 100°C, lalu sekam padi dihaluskan dengan menggunakan blender dan diayak dengan ukuran 100 mesh.

2. Hidrolisis

Sekam padi sebanyak 50 gram dalam 250 ml larutan asam sulfat 1% (Juwita, dkk, 2012) dimasukkan ke dalam Erlenmeyer dan dilanjutkan dengan proses hidrolisis pada variasi temperatur dan waktu hidrolisa. Variasi temperatur yaitu, (30, 50, 70, 90, 105)°C selama 100 menit. Sedangkan variasi waktu yaitu, (10, 40, 70, 100, 130) menit dengan temperatur 100°C.

3. Analisa Produk

Analisa kuantitatif dilakukan dengan menggunakan metode volumetri. 5 mL hidrolisat dimasukkan ke dalam Erlenmeyer, kemudian ditambahkan 5 ml asam sulfat 4 N dan 5 mL larutan kalium bromat/bromida (KBrO_3/KBr) 0,05 M, lalu ditutup dan didiamkan dalam lemari gelap 30 menit. Kemudian ditambahkan 10 mL kalium iodida (KI) 5% (0,05M) dan dititrasi dengan standar 0,1 N natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$). Sebagai pembanding, dibuat blanko tanpa penambahan sampel dengan menggunakan prosedur yang sama.

Menurut Dunlop (1948), untuk mengetahui besarnya kandungan furfural dapat dihitung dengan rumus:

jumlah furfural dalam filtrat:

$$= \frac{(b - a) \times 0,1 \times \left(\frac{\text{BM furfural}}{4} \right) \times 2,5 \times F_p}{10}$$

Konsentrasi furfural:

$$= \frac{\text{jumlah furfural dalam filtrat}}{\text{volume filtrat}}$$

Keterangan:

b : volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ blanko

a : volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sampel

Fp : faktor pengenceran

3. HASIL DAN DISKUSI

Pada penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh waktu dan suhu pada saat proses hidrolisis. Penelitian dilakukan dengan tiga tahap, yaitu persiapan bahan baku, hidrolisis, dan analisis. Pada tahap persiapan bahan baku yaitu dengan menghaluskan sekam padi hingga ukuran 100 mesh, kemudian dikeringkan di oven. Proses hidrolisis dengan menggunakan katalis asam sulfat 1%. Penelitian dilakukan dengan variasi waktu yaitu 10, 40, 70, 100, 130 (menit) dan temperatur 30, 50, 70, 90, 105 ($^{\circ}\text{C}$). Kemudian hasil hidrolisis disaring, lalu filtrat yang diperoleh dianalisis. Hasil filtrat dianalisis dengan metode volumetrik, yaitu dengan menggunakan larutan natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0,1 N.

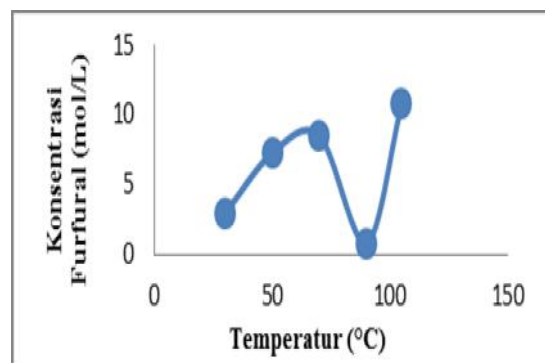


Gambar 1. Crude Furfural Hasil Hidrolisis

Furfural hasil hidrolisis akan menguap bersama air membentuk azeotrop pada tekanan 1 atm pada suhu $97,85^{\circ}\text{C}$, sehingga meskipun belum

mencapai titik didih furfural ($161,7^{\circ}\text{C}$), furfural dapat menguap. Hal ini diindikasikan dengan adanya aroma seperti kacang almond pada saat hidrolisis. Furfural yang sudah menguap tidak dapat diambil kembali, namun dapat dicegah dengan memasang alat refluks pada saat hidrolisis.

Percobaan pengaruh suhu reaksi terhadap konsentrasi furfural dilakukan dengan variasi suhu 30°C , 50°C , 70°C , 90°C , dan 105°C . Variabel yang dibuat tetap yaitu massa sekam padi adalah 50 g, konsentrasi asam sulfat yaitu 1% dengan volume 250 ml, waktu reaksi 100 menit. Sehingga didapatkan grafik sebagai berikut:

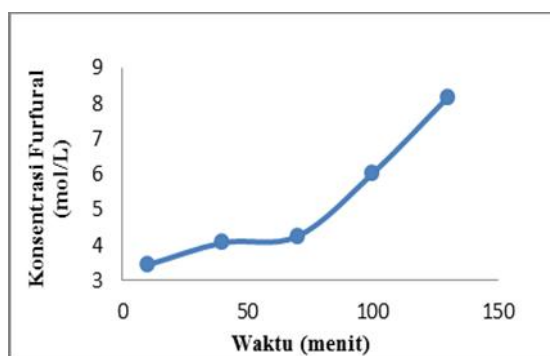


Grafik 1. Pengaruh Temperatur Hidrolisis terhadap Konsentrasi Furfural

Grafik 1 menunjukkan bahwa kondisi terbaik pada suhu 105°C dengan konsentrasi furfural 10,741 mol/L. Pada grafik tersebut juga menunjukkan kenaikan konsentrasi pada temperatur 30, 50, 70, dan 105°C . Pada temperatur 90°C terjadi penurunan. Hal ini dikarenakan pada suhu tersebut terjadi ketidakstabilan suhu. Selain itu, furfural juga bersifat azeotrop dan furfural dapat menguap bersama uap air pada suhu $>90^{\circ}\text{C}$ (Mitarlis, dkk, 2011). Sehingga, diperkirakan adanya furfural yang ikut

menguap pada suhu tersebut. Pada percobaan ini temperatur sulit ditingkatkan, karena konsentrasi asam sulfat yang digunakan hanya 1%. Sehingga titik didih pada percobaan tersebut adalah titik didih air.

Percobaan pengaruh waktu terhadap konsentrasi furfural dilakukan dengan cara memvariasikan waktu dari 10 menit sampai dengan 100 menit. Variabel yang dibuat tetap yaitu massa sekam padi adalah 50 g, konsentrasi asam sulfat yaitu 1% dengan volume 250 ml dan temperatur reaksi 100°C.



Grafik 2. Pengaruh Waktu Hidrolisis terhadap Konsentrasi Furfural

Pada Grafik 2 dapat dilihat bahwa kondisi terbaik pada temperatur 100°C dan waktu 130 menit dengan konsentrasi furfural yaitu 8,182 mol/L. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu reaksi, maka hasil reaksi akan semakin besar. Semakin lama waktu hidrolisis, maka gula polimer (pentosan) yang terurai akan semakin besar sehingga gula monomer yang dihasilkan semakin bertambah. Akan tetapi, pertambahan hasil tidak selamanya terjadi seiring bertambahnya waktu. Pada suatu saat akan diperoleh hasil yang maksimum dan semakin lama hasil furfural akan semakin menurun. Pada waktu yang lebih lama furfural akan rusak akibat pemanasan

yang terus-menerus, sehingga furfural akan terpecah menjadi furan.

4. KESIMPULAN

1. Sekam padi mengandung pentosan yang dapat dihidrolisis menghasilkan furfural dengan menggunakan katalis asam sulfat 1%.
2. Semakin tinggi suhu reaksi, maka konsentrasi furfural yang dihasilkan akan semakin besar, konsentrasi furfural tertinggi yaitu 10,741 mol/L pada suhu reaksi 105°C.
3. Semakin lama waktu reaksi, maka konsentrasi furfural yang dihasilkan akan semakin besar, konsentrasi furfural tertinggi yaitu 8,182 mol/L pada waktu reaksi 130 menit.

5. SARAN

1. Untuk mendapatkan produk furfural yang siap digunakan harus dilakukan pemurnian lebih lanjut, karena produk furfural yang dihasilkan dari penelitian ini merupakan *crude furfural*.
2. Perlu dilakukan penelitian lanjutan dengan menambah temperatur dan memperpanjang waktu hidrolisis untuk mendapatkan kondisi optimum.

Penghargaan

Terima kasih kami ucapkan kepada kepala Laboratorium Kimia Dasar dan semua pihak yang membantu dalam pelaksanaan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Andaka, A. (2011). Hidrolisis Ampas Tebu Menjadi Furfural dengan Katalisator Asam Sulfat. *Jurnal Teknologi*, Vol.2 No.2: 180-188.

- BPS Kaltim. (2015). *Berita resmi statistic BPS provinsi Kalimantan Timur*. http://kaltim.bps.go.id/webbeta/web site/brs_ind/brsInd20151102140121.pdf.
- Chandra, A., Miryanti, Y.I.P.A., Widjaja, L.B., & Pramudita, A. (2012). *Isolasi dan Karakteristik Silica dari Sekam Padi*. LPPM Universitas Katolik Prahayangan.
- Dunlop, A.P. (1948). *Furfural Formation and Behavior Industry Engineering Chemical*, Page 40, 204, 208.
- Juwita, R., Syarif, L. R., Tuhuloul, A. (2012). Pengaruh Jenis dan Konsentrasi Katalisator Asam terhadap Sintesis Furfural dari Sekam Padi. *Konversi*, Vol. 1 No. 1: 34-38.
- Mitarlis, Ismono, Tukiran. (2011). Pengembangan Metode Sintesis Furfural Berbahan Dasar Campuran Limbah Pertanian dalam Rangka Mewujudkan Prinsip Green Chemistry. *Jurnal Manusia dan Lingkungan*, Vol. 1 No.3: 191-199.
- Nugraha, G. (2012). Peningkatan Nilai Kalor Biobriket Campuran Kulit Mete dan Sekam Padi Melalui Metode Pirolisis. *Tugas Akhir Universitas Diponegoro*.
- Zeitsch, K. J. (2000). *The Chemistry and Technology of Furfural and Its Many By-Product (Sugar Series: 13)*. Netherlands: Elsevier Science B.V.